



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11060581 A**(43) Date of publication of application: **02 . 03 . 99**

(51) Int. Cl.

C07F 1/12
B22F 1/02
B22F 9/24
C07C319/00
C08J 3/24
// C08G 18/38

(21) Application number: **09224956**(22) Date of filing: **21 . 08 . 97**(71) Applicant: **MITSUI CHEM INC**

(72) Inventor: **MIZUMA KOICHI**
KAWASEKI TAKASHI
HAYASHI TOYOJI

(54) REACTION REAGENT OF GOLD ULTRAFINE PARTICLE

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject reaction reagent useful for a polycondensation reaction and a polyaddition reaction by stabilizing ultrafine gold particles by modifying the surfaces of the gold ultrafine particles with various kinds of thiol compounds.

SOLUTION: This reaction reagent comprises gold ultrafine particles modified by an amino group-containing thiol compound, a hydroxy group-containing thiol compound or a carboxy group-containing thiol compound. The gold ultrafine

particles preferably have 1-100 nm, preferably 1-20 nm average particle diameter. 4-Aminothiophenol, 2-aminoethanethiol or the like are cited as the amino group-containing thiol compound, p-hydroxythiophenol or the like are cited as the hydroxy group-containing thiol compound, and 2-mercaptopropionic acid or the like are cited as the carboxy group-containing thiol compound. The gold ultrafine particles are obtained by dissolving a metal salt and an amine in a solvent, reducing the solution to provide the solution, and adding a solution dissolving various kinds of the thiol compounds to the obtained solution.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-60581

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月2日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
C 0 7 F 1/12		C 0 7 F 1/12	
B 2 2 F 1/02		B 2 2 F 1/02	B
	9/24		E
C 0 7 C 319/00		C 0 7 C 319/00	
C 0 8 J 3/24		C 0 8 J 3/24	Z
審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 6 頁) 最終頁に続く			
(21) 出願番号	特願平9-224956	(71) 出願人	000005887 三井化学株式会社 東京都千代田区霞が関三丁目2番5号
(22) 出願日	平成9年(1997) 8月21日	(72) 発明者	水間 浩一 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井 東圧化学株式会社内
		(72) 発明者	河関 孝志 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井 東圧化学株式会社内
		(72) 発明者	林 豊治 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井 東圧化学株式会社内

(54) 【発明の名称】 金超微粒子反応試剤

(57) 【要約】

【解決手段】 アミノ基を有するチオール化合物、水酸基を有するチオール化合物またはカルボキシル基を有するチオール化合物で修飾された金超微粒子。これらの金超微粒子が、さらにチオール化合物で修飾された金超微粒子。

【効果】 金超微粒子が安定に存在し、かつ重縮合反応や重付加反応に利用可能な反応試剤としての金超微粒子材料を提供できる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アミノ基を有するチオール化合物、水酸基を有するチオール化合物またはカルボキシル基を有するチオール化合物で修飾された金超微粒子。

【請求項2】 金超微粒子が、更にチオール化合物で修飾されたものである請求項1に記載の金超微粒子。

【請求項3】 アミノ基を有するチオール化合物で修飾された請求項1または2に記載の金超微粒子。

【請求項4】 水酸基を有するチオール化合物で修飾された請求項1または2に記載の金超微粒子。

【請求項5】 カルボキシル基を有するチオール化合物で修飾された請求項1または2に記載の金超微粒子。

【請求項6】 重縮合反応に使用可能な請求項3、4または5に記載の金超微粒子。

【請求項7】 重付加反応に使用可能な請求項3、4または5に記載の金超微粒子。

【請求項8】 請求項3、4、5、6または7に記載の金超微粒子によって製造した金超微粒子架橋材料、及びその成形体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、信号灯等に利用される光波長カットフィルターなどの光学材料、導電体や抵抗体等に利用される電子材料、加圧により電気抵抗値の変化を感知できる感圧材料、磁気記録等に利用される磁性材料、位相共役波発生や光双安定現象などを利用する非線形光電子材料、触媒反応性材料や無機材料原料などに用いられる金超微粒子の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】超微粒子とは粒子径が1~100nmの粒子をいう。このような小粒子径の超微粒子においては、通常の機械的な粉碎などによって製造される粒子径がマイクロメートル以上の粉体と比べて、さまざまな光学的、磁氣的及び電気的性質やその化学的反応性に際違った差異が見られ、導電性材料などの電子デバイスや非線形光学材料などの光電子デバイスとしての利用が注目されている。

【0003】金超微粒子の製造方法としては、古くから様々な方法が提案されている。加熱還元による合成を一例挙げると、メタノール中で水酸化ナトリウム共存のもと、塩化金酸を加熱還元して金超微粒子コロイド溶液を合成するという方法がある（表面、Vol. 17、279-289（1979））。また、保護ポリマー存在のもと金属塩を溶液中で還元する手法によりコロイド溶液として合成されている。その一例を挙げると、塩化金酸とポリビニルピロリドン存在下のアセトニトリル溶液を、水素化ホウ素ナトリウムを添加することで還元し、金超微粒子コロイド溶液を得るという方法がある（特願平04-024927）。

【0004】ここで、ポリマー以外の保護剤を使用した

例としては、半導体超微粒子の合成例が報告されている。チオフェノール化物により表面がチオフェニル基で保護されたセレン化カドミウムの超微粒子を得るという方法（J. Am. Chem. Soc., Vol. 110、3046-3050（1988））や、チオフェノールにより表面がチオフェニル基で保護された硫化カドミウム超微粒子を得るという方法（J. Am. Chem. Soc., Vol. 112、1322-1326（1990））がある。これらの方法により得られた超微粒子は、表面がチオフェニル基によって覆われた安定化された超微粒子であり、さらにこの超微粒子を溶液中で濃縮した場合や、粉末として取り出した場合でも、超微粒子同士の凝集・凝結による粒子径増大が防止され、溶媒中への再分散が可能であることなどの性質をもつ、安定化された超微粒子が得られる。

【0005】しかし、この方法を金超微粒子の合成に適用すると、溶液中においてはチオールは金超微粒子の原料となる金属塩と反応してチオールの金属塩を生じ安定化することが知られており（化学大辞典9、P. 237）、超微粒子化することは困難であるという技術的欠点があり、その改良が要請されている。この問題点を解決するために、金属塩とアミン共存の溶液を還元することにより、表面がアミンで保護された金超微粒子を形成し、これにチオールまたはチオール溶液を添加することにより、金超微粒子表面を保護しているアミンをチオールに置換する方法（特願平09-001940）が提案されている。

【0006】以上に述べてきたように従来の技術では、様々な金超微粒子の合成手法が提案されているが、これら保護剤は金属を超微粒子化しかつ安定化するためだけのものであり、金超微粒子それ自体に反応性を持たせ、例えばヘキサメチレンジイソシアネート、p-フェニレンジイソシアネート等のイソシアネート類、セバチン酸、アジピン酸等の塩基酸類との重縮合反応や重付加反応といった反応に利用することは行われていなかった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明はこの前記問題点を解決するために、金超微粒子が安定に存在し、かつ加工が容易で製品形態の選択幅が広く操作性に優れた反応性を有する金超微粒子を製造することを目的とするものである。さらに本発明では、重縮合反応や重付加反応が可能な金超微粒子を提供することを課題とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、発明が解決しようとする課題に記載した金超微粒子を鋭意検討した結果、金超微粒子を合成する際に、溶媒中に金属塩とアミンを溶解した溶液を還元することにより得られた溶液に、アミノ基を有するチオール化合物、またはアミノ基を有するチオール化合物を溶解した溶液、またはアミノ基を有するチオール化合物及びチオール化合物、または

10

20

30

40

50

アミノ基を有するチオール化合物及びチオール化合物を溶解した溶液；又は水酸基を有するチオール化合物、または水酸基を有するチオール化合物を溶解した溶液、または水酸基を有するチオール化合物及びチオール化合物、または水酸基を有するチオール化合物及びチオール化合物を溶解した溶液；又はカルボキシル基を有するチオール化合物、またはカルボキシル基を有するチオール化合物を溶解した溶液、またはカルボキシル基を有するチオール化合物及びチオール化合物、または、カルボキシル基を有するチオール化合物及びチオール化合物を溶解した溶液を添加することにより、金超微粒子表面を保護しているアミンを各種チオール化合物に置換することにより表面が各種チオール化合物で修飾されることで安定化し、さらには重縮合反応や重付加反応に用いることが可能な金超微粒子を発明した。

【0009】すなわち、本発明は、

(1) アミノ基を有するチオール化合物、水酸基を有するチオール化合物またはカルボキシル基を有するチオール化合物で修飾された金超微粒子。

(2) 金超微粒子が、更にチオール化合物で修飾されたものである(1)に記載の金超微粒子。

(3) アミノ基を有するチオール化合物で修飾された

(1)または(2)に記載の金超微粒子。

(4) 水酸基を有するチオール化合物で修飾された

(1)または(2)に記載の金超微粒子。

(5) カルボキシル基を有するチオール化合物で修飾された(1)または(2)に記載の金超微粒子。

(6) 重縮合反応に使用可能な(3)、(4)または(5)に記載の金超微粒子。

(7) 重付加反応に使用可能な(3)、(4)または(5)に記載の金超微粒子。

(8) (3)、(4)、(5)、(6)または(7)に記載の金超微粒子によって製造した金超微粒子架橋材料、及びその成形体。

を提供するものである。

【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明を説明する。本発明における超微粒子とは、1~100nm、好ましくは1~20nmの平均粒子直径のものである。この直径は、1次粒子のそれであっても良いし、また1次粒子が凝集して形成する2次粒子の直径であっても良い。

【0011】アミノ基を有するチオール化合物としては、4-アミノチオフェノール、2-アミノチオフェノール、2-アミノエタンチオール、6-チオグアニン、5-アミノ-1, 3, 4-チアジアゾール-2-チオール等があり、それぞれを単独で用いてもよいし、混合して用いてもよい。

【0012】チオール化合物としてはチオフェノール、メチルメルカプタン、エチルメルカプタン、4-メトキシチオフェノール、トルエンチオール等があり、それぞ

れを単独で用いてもよいし、混合して用いてもよい。

【0013】水酸基を有するチオール化合物としては、p-ヒドロキシチオフェノール、2-メルカプトフェノール、3-メルカプト-1, 2-プロパンジオール、1-メルカプト-2-プロパノール、2-メルカプトエタノール等があり、それぞれを単独で用いてもよいし、混合して用いてもよい。

【0014】カルボキシル基を有するチオール化合物としては、2-メルカプトプロピオン酸、3-メルカプトプロピオン酸、メルカプトコハク酸、3-メルカプト-1, 2, 4-トリアゾール、メルカプト安息香酸、メルカプト酢酸、メルカプト酢酸ナトリウム等があり、それぞれを単独で用いてもよいし、混合して用いてもよい。

【0015】具体的な製造方法を以下に示す。まず始めに、金属塩とアミンを溶媒に溶解する。溶媒としては、製造する金超微粒子の原料として用いる金属塩と、溶液中に共存するアミンを溶解するものであればよい。具体的には、水または非水溶媒、好ましくは比較的極性の大きな有機溶媒であればよく、より具体的にはアセトン、メチルエチルケトンなどのケトン類、アセトニトリル、プロピルニトリルなどのニトリル類、メタノール、エタノール、プロパノール、ブチルアルコールなどのアルコール類、ジオキサンなどのエーテル類やジメチルホルムアミド、ジエチルホルムアミドなどのアミド類、ジメチルスルホキシドなど、またはこれらの混合溶媒、またはこれらを含む混合溶媒であってもよい。

【0016】金属塩としては、用いる溶媒に溶解するものであればよく特に制限はなく、例えば、塩化金酸三水和物、塩化金酸四水和物、塩化金酸(III)四水和物、塩化ナトリウム金(III)二水和物、シアン化金

(I)、シアン化カリウム金(I)などが用いられる。

【0017】アミンとしては、用いる溶媒に溶解するものであればよく特に制限はないが、具体的には、エチルアミン、n-ブチルアミン、シクロヘキシルアミン、アニリンなどの第一アミン類、ジメチルアミン、ジアリルアミン、ジフェニルアミンなどの第二アミン類、トリメチルアミン、トリアリルアミン、トリフェニルアミンなどの第三アミン類、エチレンジアミンなどのジアミン類やポリアミン類、ピリジンなどの環式アミン類、またはこれらのアミン類の混合物を例としてあげることができる。

【0018】溶媒に溶解する金属塩の濃度は、使用する溶媒の室温での溶解度以下の重量に相当する濃度であればよく特に制限はない。溶液中のアミンの濃度は、使用する溶媒の室温での溶解度以下の重量に相当する濃度であればよく特に制限はない。続いて、金属塩とアミンを溶媒に溶解した溶液を還元する。ここで言う還元とは、還元剤による還元を示す。

【0019】還元剤としては特に制限はないが、好ましくはヨウ素、ホウ素、アルミニウム、ケイ素、スズ等の

水素化物類または水素錯化合物類、一酸化炭素、二酸化硫黄、亜硫酸塩等の低級酸化物類または低級酸素酸の塩類、アルカリ金属、マグネシウム、カルシウム、アルミニウム、亜鉛などの電気的陽性の大きい金属類またはそれらのアマルガム類、アルデヒド、糖、ギ酸、シュウ酸、ヒドラジン等の有機化合物類が用いられる。

【0020】還元剤による還元を行う場合、直接溶液中に還元剤を添加する方法、またはあらかじめ還元剤を溶媒に溶解した溶液を添加する方法がとられることはいうまでもない。還元剤を溶媒に溶解した溶液とは、金属塩とアミンを溶解した溶液を調製するのに使用した溶媒と同一の溶媒を使用して、所定の濃度の還元剤を溶解した溶液、または金属塩とアミンを溶解した溶液の調製に使用した溶媒と異なる溶媒を使用する場合には、金属塩とアミンを溶解した溶液の調製に使用した溶媒と相溶性が良好である溶媒により調製した溶液のことであることはいうまでもない。

【0021】還元剤の濃度は、直接溶液に還元剤を添加する場合、溶液を調製するのに使用した溶媒の室温での溶解度以下の重量に相当する濃度であればよく特に制限はない。還元剤を溶媒に溶解した溶液を添加する場合には、還元剤を溶媒に溶解した溶液を調製するのに使用した溶媒の室温での溶解度以下の重量に相当する濃度であればよく特に制限はない。還元剤を溶媒に溶解した溶液を添加する場合には、還元剤を溶媒に溶解した溶液を調製するのに使用した溶媒中の室温での溶解度以下の重量に相当する濃度であればよく特に制限はない。還元するときの温度は、特に制限はないが、反応の相を溶液状態に保つのに必要な温度であればよい。還元時間も、特に制限はないが、通常0.1分～200時間である。

【0022】続いて、還元することによって生成したアミンで表面を保護された金超微粒子を含む溶液に、アミノ基を有するチオール化合物、またはアミノ基を有するチオール化合物を溶解した溶液、またはアミノ基を有するチオール化合物及びチオール化合物、またはアミノ基を有するチオール化合物及びチオール化合物を溶解した溶液；又は水酸基を有するチオール化合物、または水酸基を有するチオール化合物を溶解した溶液、または水酸基を有するチオール化合物及びチオール化合物、または水酸基を有するチオール化合物及びチオール化合物を溶解した溶液；又はカルボキシル基を有するチオール化合物、またはカルボキシル基を有するチオール化合物を溶解した溶液、またはカルボキシル基を有するチオール化合物及びチオール化合物、または、カルボキシル基を有するチオール化合物及びチオール化合物を溶解した溶液を添加することにより、表面が各種チオール化合物で修飾された金超微粒子を得ることができる。

【0023】各種チオール化合物の添加量は、アミン1重量部に対して0.01～100重量部であり、好ましくは1～10重量部である。溶液とは、金属塩とアミン

を溶解した溶液を調製するのに使用した溶媒と同一の溶媒を使用して所定の濃度の各種チオール化合物を溶解した溶液、または金属塩とアミンを溶解した溶液の調製に使用した溶媒と異なる溶媒を使用する場合には、金属塩とアミンを溶解した溶液の調製に使用した溶媒と相溶性が良好でありかつ還元することにより生成した表面をアミンで保護された金超微粒子を溶液中で安定に分散させることが可能な溶媒により調製した溶液のことである。

【0024】各種チオール化合物を添加する際に各種チオール化合物を溶解した溶液として使用する場合は、溶液の濃度は、所定の金属塩と所定のアミンを溶解した溶液を調製するのに使用した溶媒中の室温での溶解度以下の濃度であればよく特に制限はない。各種チオール化合物または各種チオール化合物を溶解した溶液を還元後の液に添加するときの温度は、特に制限はないが、反応の相を溶液状態に保つのに必要な温度であればよい。時間も、特に制限はないが、通常0.1分～200時間である。

【0025】このようにして得られた金超微粒子を含むコロイド溶液を乾燥させることで粉体とし、これを目的に応じた溶媒で洗浄することにより、目的とする金超微粒子を得ることができる。さらに、このようにして得られた表面が修飾された金超微粒子をヘキサメチレンジイソシアネート、p-フェニレンジイソシアネート等のイソシアネート類、セバチン酸、アジピン酸等の塩基酸類と混合し、重縮合反応や重付加反応といった反応で粒子間を連結して架橋し、必要な材料が得られる。

【0026】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明するが本発明はこれらにのみ限定されるものではない。

実施例1

塩化金酸四水和物 ($\text{HAuCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) $2.5 \times 10^{-3}\text{M}$ 及びアニリン $7.5 \times 10^{-3}\text{M}$ 濃度のメタノール溶液 500ml を三角フラスコに入れる。室温でこの溶液を攪はんしながら、水素化ホウ素ナトリウム (NaBH_4) $1.0 \times 10^{-2}\text{M}$ 濃度のメタノール溶液 150ml を添加すると溶液は赤茶色に変化する。この溶液に 500ml の溶液量に対して、 $3.75 \times 10^{-3}\text{M}$ 濃度に相当するチオフェノール及び $3.75 \times 10^{-3}\text{M}$ 濃度に相当する4-アミノチオフェノールを溶解したメタノール溶液 50ml を一気に滴下することにより溶液は、ワインレッド色に変化し沈殿物が生成する。この溶液の上澄み液の紫外可視吸収スペクトルを測定したところ、波長 530nm に金超微粒子の表面プラズモンに起因する吸収バンドが観測された。この溶液を濾過することで沈殿物を取り除いた溶液を、ロータリーエバポレーターにより濃縮し黒紫色の粉体を得ることができた。

【0027】この粉体を洗浄することで未反応物を除去し、乾燥させた後、メタノールに再溶解した溶液の紫外可視吸収スペクトルを測定したところ、波長 530nm

に金超微粒子の表面プラズモンに起因する極大が、また透過型電子顕微鏡観察により、粒子直径 5~15 nm の大きさの分布を有する金超微粒子が観測されたことから、金超微粒子は凝集することなく安定に粉体としてとり出せることがわかる。洗浄した金超微粒子をKBrと混合し、錠剤にして赤外吸収スペクトルを測定したところ、芳香族アミンに特徴的な、N-H伸縮の吸収(3400 cm⁻¹付近)、p-ベンゼン二置換体のCH面外変角の吸収(820 cm⁻¹付近)、ベンゼン一置換体のCH面外変角の吸収(750 cm⁻¹付近)が観測された。一方、SH基の伸縮の吸収(2600~2550 cm⁻¹)はほとんど観測されていないことから、金超微粒子表面にはアミノ基が存在していることがわかる。

【0028】実施例2

実施例1で製造した金超微粒子30mgをジメチルホルムアミド2mlに溶かし、ヘキサメチレンジイソシアナート10mgを加え、重付加反応をおこなった。その結果ゲル状の不透明な反応物が生成した。この反応物を洗浄することで未反応物を除去した後、乾燥させ、赤外吸収スペクトルの測定を行った。これによるとイソシアナートに特徴的なN=C=Oに起因する逆対称伸縮の吸収(2280~2240 cm⁻¹)は観測されず、脂肪族メチレンCH₂の伸縮振動(3000~2840 cm⁻¹)が観測されている。C=O伸縮が1640 cm⁻¹に観測され、N-H変角が1550 cm⁻¹付近に観測されている。これによりアミド結合の存在が示唆され、金超微粒子架橋材料が生成していると考えられる。

【0029】実施例3

実施例1で製造した金超微粒子30mgをジメチルホルムアミド2mlに溶かし、p-フェニレンジイソシアナート5mgを加え、重付加反応をおこなった。その結果ゲル状の不透明な反応物が生成した。この反応物を洗浄することで未反応物を除去した後、乾燥させ、赤外吸収スペクトルの測定をおこなった結果、実施例2と同様にアミド結合の存在が示唆された。

【0030】実施例4

アニリンで表面が保護された金超微粒子のコロイド溶液は実施例1と同様に製造した。この溶液に、500mlの溶液量に対して、7.5×10⁻³M濃度に相当するp-ヒドロキシチオフェノールを溶解したメタノール溶液50mlを一気に滴下することにより溶液は、ワインレッド色に変化し沈澱物が生成する。この溶液の上澄み液の紫外可視吸収スペクトルを測定したところ、波長530nmに金超微粒子の表面プラズモンに起因する吸収バンドが観測された。この溶液を濾過することで沈澱物を取り除いた溶液を、ロータリーエバポレーターにより濃縮し黒紫色の粉体を得ることが出来た。

【0031】この粉体を洗浄することで未反応物を除去し、乾燥させた後、メタノールに再溶解した溶液の紫外可視吸収スペクトルを測定したところ、波長530nm

に金超微粒子の表面プラズモンに起因する極大が、また透過型電子顕微鏡観察により、粒子直径 5~15 nm の大きさの分布を有する金超微粒子が観測されたことから、金超微粒子は凝集することなく安定に粉体としてとり出せることがわかる。得られた金超微粒子をKBrと混合し、錠剤にして赤外吸収スペクトルを測定したところ、C-O伸縮(1260 cm⁻¹付近)、O-H面内変角振動(1357 cm⁻¹付近)が観測され、p-ベンゼン二置換体のC-H面外変角の吸収(820 cm⁻¹付近)も観測されている。これにより、金超微粒子表面には水酸基が存在していることが分かる。

【0032】実施例5

実施例4で製造した金超微粒子30mgをジメチルホルムアミド4mlに溶かし、シュウ酸15mgを加えた。その結果ゲル状の反応物が生成した。この反応物を洗浄し未反応物を除去した後、乾燥させ、赤外吸収スペクトルの測定を行った。これによるとカルボン酸に特徴的なO-H伸縮に起因する3000 cm⁻¹付近の吸収と、930 cm⁻¹付近のO-H面外変角に起因する吸収が観測されなかった。これによりエステル結合の存在が示唆され、金超微粒子架橋材料が生成していると考えられる。

【0033】実施例6

アニリンで表面が保護された金超微粒子のコロイド溶液は実施例1と同様に製造した。この溶液に、500mlの溶液量に対して、3.75×10⁻³M濃度に相当するチオフェノール及び3.75×10⁻³M濃度に相当するメルカプト酢酸を溶解したメタノール溶液50mlを一気に滴下することにより溶液は、ワインレッド色に変化し沈澱物が生成する。この溶液の上澄み液の紫外可視吸収スペクトルを測定したところ、波長530nmに金超微粒子の表面プラズモンに起因する吸収バンドが観測された。この溶液を濾過することで沈澱物を取り除いた溶液を、ロータリーエバポレーターにより濃縮し黒紫色の粉体を得ることが出来た。

【0034】この粉体を洗浄することで未反応物を除去し、乾燥させた後、メタノールに再溶解した溶液の紫外可視吸収スペクトルを測定したところ、波長530nmに金超微粒子の表面プラズモンに起因する極大が、また透過型電子顕微鏡観察により、粒子直径 5~15 nm の大きさの分布を有する金超微粒子が観測されたことから、金超微粒子は凝集することなく安定に粉体としてとり出せることがわかる。また得られた金超微粒子をKBrと混合し、錠剤にして赤外吸収スペクトルを測定したところ、C=O伸縮(1340~1250 cm⁻¹)、O-H伸縮に起因する幅広い吸収(3000~2800 cm⁻¹)が観測されたことから、金超微粒子表面にはカルボキシル基が存在することがわかる。

【0035】

【発明の効果】本発明は、金超微粒子をその生成過程において単に生成するだけではなく、金超微粒子の表面を

10

20

30

40

50

修飾することにより安定化することで、固体 t 粉体として取り出すことが可能であり、さらには反応性を持たせることにより、この表面処理金超微粒子を反応始剤として重縮合反応や重付加反応に利用可能なものとした。本発明によって得られた表面処理された金超微粒子は、粉*

* 体の形であることから、他の組成成分や超微粒子との混合が容易であり、製品形態の選択の幅も広く、量産性に優れた中間材料として、光学材料、電子材料、感圧材料、磁性材料、非線形光電子材料、触媒材料、無機材料への利用に好適である。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶

識別記号

// C 0 8 G 18/38

F I

C 0 8 G 18/38

Z